

## مقاله پژوهشی

# اثر هموژنیزاسیون بر انکپسولاسیون اسانس پوست گریپ‌فروت (*Citrus paradisi*) با صمغ دانه ریحان

سمانه محمد خشت چین<sup>۱</sup>، رضا فرهمندفر<sup>۲\*</sup>، جمشید فرمانی<sup>۲</sup>

۱. کارشناسی ارشد، گروه علوم و صنایع غذایی، دانشکده مهندسی زراعی، دانشگاه علوم کشاورزی و منابع طبیعی، ساری  
۲. دانشیار، گروه علوم و صنایع غذایی، دانشکده مهندسی زراعی، دانشگاه علوم کشاورزی و منابع طبیعی، ساری

(تاریخ ارسال: ۱۴۰۰/۰۵/۱۳، تاریخ آخرین بازنگری: ۱۴۰۰/۱۱/۰۸، تاریخ پذیرش: ۱۴۰۰/۱۱/۰۹)

## چکیده

گریپ‌فروت (*Citrus paradisi*) متعلق به جنس *Citrus* و گونه‌ای از گیاهان گلدار در خانواده Rutaceae است. از پوست گریپ‌فروت می‌توان برای تولید اسانس‌ها و عصاره‌های ارزشمند استفاده کرد. اسانس پوست گریپ‌فروت حاوی هیدروکربن‌های آروماتیک، الکل‌ها، آلدئیدها، کتون‌ها، استرها و آلفا ترپنوئیدها است؛ لذا دارای خواص ضدباکتریایی و آنتی‌اکسیدانی قوی می‌باشد و به‌عنوان جزء ترکیبی برای لوازم‌آرایشی، عطر، صابون و مواد شوینده استفاده می‌شود. در این پژوهش، ویژگی‌های اسانس پوست گریپ‌فروت انکپسوله شده با صمغ ریحان تحت تأثیر سرعت‌های هموژنیزاسیون ۱۰۰۰، ۱۵۰۰ و ۲۰۰۰ دور بر دقیقه مورد بررسی قرار گرفت. نتایج آنالیز GC/MS نشان داد D-لیمونن (۶۵/۶۱٪) و کاریوفیلین (۸/۵۹٪) بیشترین ترکیبات شیمیایی تشکیل‌دهنده اسانس پوست گریپ‌فروت هستند. پارامترهای رئولوژیکی توسط مدل‌های غیر وابسته به زمان برازش شدند و مدل هرشل بالکلی و پاورلا دارای R<sup>2</sup> بالاتری نسبت به مدل‌های دیگر بودند. علاوه بر نمودار ویسکوزیته بر حسب سرعت برشی، مدل‌ها نیز رفتار سودوپلاستیک (رقیق شونده با برش) محلول‌های اسانس پوست گریپ‌فروت انکپسوله شده با صمغ ریحان را تأیید کردند. ویسکوزیته محلول‌های اسانس پوست گریپ‌فروت انکپسوله شده با افزایش دور هموژنیزاسیون کاهش یافت. همچنین راندمان انکپسولاسیون، پایداری امولسیون و خاصیت آنتی‌اکسیدانی نمونه‌ها در سرعت ۱۰۰۰۰ rpm بالاتر بود. تغییرات خاصی در گروه‌های عملکردی در آزمون FTIR با افزایش دور هموژنیزاسیون مشاهده نشد. نتایج DSC نشان داد دو محدوده گرماگیر (۸۳/۳ - ۱۹/۴ °C) و گرمازا (۲۶۵/۱ - ۲۱۰/۲ °C) به ترتیب مربوط به تبخیر آب و تجزیه مواد ناشی از تجزیه حرارتی پلی ساکاریدها می‌باشد.

واژه‌های کلیدی: اسانس پوست گریپ‌فروت، هموژنیزاسیون، انکپسولاسیون، صمغ ریحان، رئولوژی و فیزیکوشیمیایی

## ۱. مقدمه

خانواده Labiatae می‌باشد. این گیاه در اصل بومی ایران، ترکیه، هند و دیگر مناطق گرمسیری آسیا، آفریقا و اروپا است. برگ‌های تازه یا خشک‌شده ریحان به‌عنوان چاشنی در سراسر جهان و اسانس‌های آن در داروسازی و طعم‌دهنده‌ها استفاده می‌شوند. دانه‌های ریحان هنگام خیساندن در آب ژل تولید می‌کنند و به‌طور سنتی در نوشیدنی‌ها و دسرهای آسیایی مانند فالوده و شربت استفاده می‌شوند [۵].

صمغ دانه ریحان هیدروکلونید جدید مشتق از گیاه با وزن مولکولی بالا (۲۳۲۰ کیلو دالتون) با ویسکوزیته ذاتی ( $3/917 \text{ m}^3/\text{kgf}$ ) است که به‌عنوان هتروپلی ساکارید آنیونی حاوی گلوکومانان شناخته می‌شود و از دو بخش اصلی با وزن‌های مولکولی مختلف تشکیل شده است [۶]. در مطالعه‌ای ترکیب شیمیایی اسانس پوست گریپ‌فروت به کمک کروماتوگرافی گازی/طیف‌سنجی جرمی و با استفاده از دو روش مختلف استخراج، مورد بررسی قرار گرفت و D-لیمون به‌عنوان ترکیب غالب (۹۱/۵-۸۸/۶٪) مشاهده شد [۷]. در مطالعه دیگر که اسانس پوست گریپ‌فروت با استفاده از روش پرس سرد و آب استخراج شد، بازده اسانس حاصل از روش پرس سرد بسیار بیشتر از روش استخراج با آب به دست آمد. D-لیمون ماده اصلی اسانس‌های گریپ‌فروت (پرس سرد ۹۲/۸۳٪، آب ۹۶/۰۶٪) بود [۸]. در مطالعه دیگر توسط احمد و همکاران (۲۰۱۹) خواص آنتی‌اکسیدانی آب‌میوه و روغن پوست گریپ‌فروت مورد بررسی قرار گرفت و نتایج نشان داد درصد فعالیت رادیکال ۲،۲-دیفنیل-۱-پیکریل هیدرازیل (DPPH) و قدرت آنتی‌اکسیدانی کاهش‌دهنده آهن (FRAP) برای آب میوه و روغن پوست گریپ‌فروت از ۲۴/۰۶ تا ۱۸/۷۹، ۲/۹۱ تا ۱/۴۴  $\text{mmol g}^{-1}$  و از ۸۴/۸۷ تا ۷۴/۷۳، ۷/۷۶ تا ۵/۷۳  $\text{mmol g}^{-1}$  متفاوت بود [۹]. در مطالعه‌ای تأثیر فشار هموژنیزاسیون روی اسانس ریحان انکپسوله شده با صمغ عربی مورد بررسی قرار گرفت و نتایج نشان داد افزایش فشار همگن‌سازی تا ۵۰ Mpa باعث کاهش اندازه ذرات امولسیون شد، اما استفاده از فشارهای بالاتر از ۸۵ Mpa منجر به تشکیل قطرات با اندازه بزرگتر گردید. فشار همگن‌سازی و همچنین غلظت اسانس تأثیری بر ویسکوزیته امولسیون نداشت [۱۰].

مرکبات به‌طور گسترده در سراسر جهان مصرف می‌شوند و در سال‌های اخیر به‌دلیل مزایای بالقوه درمانی مرتبط با مقادیر بالای فلاونوئیدها و آنتی‌اکسیدان‌ها و همچنین خصوصیات ضدسرطانی و ضدالتهابی مورد توجه بسیار قرار گرفته‌اند. در میان مرکبات، گریپ‌فروت قرمز<sup>۱</sup> با رنگ قرمز و طعم شیرین و ترش، منحصر به فرد است. نوشابه‌ها، عطرها، لوازم آرایشی و همچنین داروهای جایگزین مهم‌ترین زمینه‌های استفاده از اسانس گریپ‌فروت هستند که از طریق پوست آن به دست می‌آید. پوست مرکبات حاوی مقادیر زیادی فرآورده‌های جانبی مفید از جمله اسانس‌ها، آنتی‌اکسیدان‌ها، فلاونوئیدها و پلی‌فنول‌ها است [۲،۱]. اسانس‌ها ترکیبات فراری هستند که می‌توانند به راحتی توسط نور، اکسیژن، درجه حرارت بالا و pH شدید ناپایدار و تخریب شوند. انکپسولاسیون اسانس‌ها در نانو ذرات پلیمری یا حامل‌های لیپیدی باعث کاهش نوسانات، افزایش حلالیت و بهبود پایداری و همچنین اثربخشی اسانس‌ها در فرمولاسیون مواد غذایی شده است. انکپسولاسیون به روشی اطلاق می‌شود که در آن ذرات یا قطرات ریز توسط پوششی (که می‌تواند انواعی از پروتئین‌ها، کربوهیدرات‌ها و یا لیپیدها باشند) احاطه یا در یک ماتریس همگن یا ناهمگن تعبیه شوند [۳].

هیدروکلونیدها عمدتاً کربوهیدرات‌های پیچیده‌ای هستند که برای بهبود قوام و ویژگی‌های بافتی (خواص رئولوژیکی) مواد غذایی مایع و نیمه مایع استفاده می‌شوند. فعالیت آنها بستگی به نوع و غلظت هیدروکلونیدها، دما و شرایط فرآیند و همچنین محتوای مواد جامد و ترکیب شیمیایی مواد غذایی دارد [۴]. در میان انواع هیدروکلونیدها، آنهایی که از منابع گیاهی به دست می‌آیند، به‌دلیل فراوانی و راحتی بیشتر در استخراج، در بخش‌های صنعتی مورد توجه بسیاری قرار گرفته‌اند. علاوه بر این، با داشتن ویژگی‌های زیستی و تجزیه بیولوژیکی هیدروکلونیدهای گیاهی، می‌توان از آنها با موفقیت در زمینه‌های مختلف مانند صنایع غذایی و دارویی استفاده کرد. دانه ریحان از گیاه ریحان<sup>۲</sup> است که یک عضو از

1. *Citrus paradisi. L*

2. *Ocimum basilicum*

شیشه‌ای تیره‌رنگ در دمای  $18^{\circ}\text{C}$  - نگهداری گردید [۱۴].

#### ۴.۲. جداسازی و شناسایی ترکیب‌های تشکیل‌دهنده اسانس

برای جداسازی و شناسایی ترکیب‌های موجود در اسانس از دستگاه کروماتوگرافی گازی<sup>۱</sup> متصل به طیف‌سنج جرمی<sup>۲</sup> استفاده شد.  $0.1\text{ nm}^3$  از نمونه اسانس رقیق‌شده تزریق و دمای انژکتور در دمای  $250^{\circ}\text{C}$  تنظیم گردید. هلیوم به‌عنوان گاز حامل با سرعت جریان  $0.05\text{ mm}^3/\text{min}$  و فشار ورودی  $12/936\text{ psi}$  استفاده شد. درجه حرارت به‌تدریج از  $50^{\circ}\text{C}$  به  $240^{\circ}\text{C}$  با سرعت  $8$  درجه سلسیوس در دقیقه افزایش یافت. مواد تشکیل‌دهنده اسانس با استفاده از ترکیبات مرجع استاندارد و همچنین با اطلاعات کتابخانه کامپیوتری دستگاه GC/MS مورد شناسایی قرار گرفت [۲].

#### ۵.۲. استخراج صمغ دانه ریحان

برای استخراج صمغ دانه ریحان از روش ناجی طبسی و همکاران (۲۰۱۷) استفاده شد [۶]. دانه‌ها به‌صورت دستی تمیز و از الک عبور داده شدند تا ناخالصی‌های آنها جدا شود. صمغ از دانه کامل ریحان و با استفاده از آب مقطر با نسبت  $1:20$  و  $\text{pH}=7$  در دمای  $68 \pm 1^{\circ}\text{C}$  استخراج گردید. مخلوط به مدت  $20\text{ min}$  به‌آرامی همزده شد. جداسازی صمغ از دانه‌های متورم با عبور دانه‌ها از یک اکستراکتور مجهز به صفحه چرخنده صورت گرفت. صمغ استخراج‌شده پس از صاف شدن در آون با دمای  $30^{\circ}\text{C}$  خشک شد. صمغ استخراج‌شده خشک، آسیاب و الک شده و در ظروف دربسته و در محل خنک و خشک نگهداری شد.

#### ۶.۲. انکیسولاسیون اسانس

محللول آبی صمغ دانه ریحان ( $0.4\%$ ) به مدت نیم ساعت در دمای محیط همزده شد و طی همزدن محللول کلرید کلسیم  $100\text{ M/m}^3$  ( $0.5\%$ ) اضافه گردید و به مدت  $24\text{ h}$  در  $4^{\circ}\text{C}$  نگهداری شد. پس از آن اسانس پوست گریپ‌فروت ( $0.4\%$ ) با

با توجه به مطالعات انجام‌شده ویژگی‌های اسانس پوست انکیسوله شده مرکبات مختلف از جمله نارنج [۱۱]، لیمو [۱۲]، پرتقال [۱۳] و غیره مورد بررسی قرار گرفته است، اما تا به حال تحقیقی روی اسانس پوست گریپ‌فروت انکیسوله شده با صمغ ریحان و بررسی تأثیر دور هموژنیزاسیون بر آن انجام‌نشده است؛ بنابراین در این مطالعه اثر دورهای مختلف هموژنیزاسیون ( $10000$ ،  $15000$  و  $20000$  دور بر دقیقه) بر ویژگی‌های رئولوژی و فیزیکوشیمیایی (FTIR، پتانسیل زتا، اندازه ذره، پایداری امولسیون، مهار DPPH و DSC) اسانس پوست گریپ‌فروت انکیسوله شده با صمغ ریحان مورد بررسی قرار گرفت.

#### ۲. مواد و روش‌ها

##### ۱.۲. تهیه نمونه

مواد شیمیایی اولیه (با درصد خلوص بالا) همچون DPPH، توپین  $20$  و متانول، از شرکت‌های سیگما آلدریج و مرک و از طرف دیگر، میوه گریپ‌فروت و دانه‌های ریحان از فروشگاه‌های معتبر در شهرستان ساری خریداری شدند. میوه گریپ‌فروت در ابتدا شست‌وشو و پوست‌گیری و سپس قسمت دارای اسانس از قسمت سفیدرنگ جدا شد و برای انجام آزمایش‌ها مورد استفاده قرار گرفت.

##### ۲.۲. خشک‌کردن

پوست گریپ‌فروت در آون معمولی با دمای  $38^{\circ}\text{C}$  تا رسیدن به وزن ثابت، خشک و توسط خردکن کاملاً پودر و سپس الک شد و در بسته‌های نایلونی (به‌منظور جلوگیری از نفوذ رطوبت) بسته‌بندی گردید و تا زمان استخراج اسانس در فریزر در دمای  $18^{\circ}\text{C}$  - نگهداری شد.

##### ۳.۲. استخراج با روش تقطیر آب (کلونجر)

جهت استخراج اسانس در هر مرتبه اسانس گیری،  $0.150\text{ kg}$  پوست میوه به همراه  $1/5\text{ mm}^3$  آب مقطر درون بالن ریخته شده و اسانس گیری به‌وسیله دستگاه کلونجر در دمای  $100^{\circ}\text{C}$  و به مدت  $3\text{ h}$  (تا زمانی که کلیه اسانس از نمونه خارج شود) انجام شد. سپس اسانس حاصل در ظروف

۱. مدل 7890A Technologies ، Agilen ساخت کشور آمریکا

۲. مدل 5975C Agilent Technologies ساخت کشور آمریکا



$\dot{\gamma}$  سرعت برشی (1/s) است.

۲. مدل هرشل بالکلی

$$\tau = K_H (\dot{\gamma})^{n_H} \tau_{0H} \quad (2)$$

در این معادله  $K_H$  ضریب قوام ( $\text{Pa s}^n$ ) و  $n_H$  شاخص رفتار جریان (بدون بعد) می‌باشد.  $K$  بزرگی ویسکوزیته سیال و  $n$  ویژگی رفتار سیال را نشان می‌دهد.  $\tau_{0H}$  تنش تسلیم ( $\text{Pa}$ ) برای مدل هرشل بالکلی است.  $\tau$  تنش برشی ( $\text{N/m}^2$ ) و  $\dot{\gamma}$  سرعت برشی (1/s) می‌باشد.

۳. مدل بینگهام

$$\tau = \eta_B \dot{\gamma} + \tau_{0B} \quad (3)$$

در این معادله  $\eta_B$  ویسکوزیته بینگهام ( $\text{Pa s}$ ) و  $\tau_{0B}$  تنش تسلیم ( $\text{Pa}$ ) مدل بینگهام است.

۴. مدل کاسون

$$\tau^{0.5} = K_{0c}^{0.5} + k_c (\dot{\gamma})^{0.5} \quad (4)$$

در این معادله  $\tau_{0c} = (k_{0c})^2$  نشان‌دهنده تنش تسلیم ( $\text{Pa}$ ) و  $\eta_c$  ( $k_c^2$ ) ویسکوزیته کاسون ( $\text{Pa s}$ ) نامیده می‌شود.  $\tau$  تنش برشی ( $\text{N/m}^2$ ) و  $\dot{\gamma}$  سرعت برشی (1/s) می‌باشد.

### ۲.۷.۲. راندمان انکیپسولاسیون (EE)

برای استخراج روغن سطحی،  $0.15 \text{ mm}^3$  -n هگزان به  $0.015 \text{ kgr}$  از نمونه پودر اضافه و به مدت ۲ min در دمای اتاق با شیکر همزده شد. این مخلوط در سانتریفیوژ به مدت ۲۰ min با سرعت ۸۰۰۰ دور در دقیقه قرار گرفت و سپس از صافی واتمن شماره ۱ عبور کرده و پودرهای جمع‌آوری‌شده سه بار با استفاده از  $0.2 \text{ mm}^3$  -n هگزان شسته شد. سپس، حلال در دمای اتاق تبخیر و تا رسیدن به وزن ثابت خشک و میزان روغن سطحی محاسبه گردید. برای اندازه‌گیری روغن کل،  $0.005 \text{ kgr}$  پودر حاصل به  $0.25 \text{ mm}^3$  ایزوپروپانول / -n هگزان به نسبت ۱:۳ افزوده و ۵ min با شیکر همزده شد. سپس مخلوط حاصل ۱۵ min با سرعت ۸۰۰۰ دور در دقیقه سانتریفیوژ و بعد از آن فاز آلی

امولسیفایر توپین ۲۰ به میزان ۲ درصد وزنی- وزنی به صورت قطره قطره باهم مخلوط شدند و محلول فوق به صورت قطره قطره به محلول اضافه گردید و بلافاصله بعد از نیم ساعت همزدن (با همزن مغناطیسی) به کمک اولتراتوراکس با سرعت‌های ۱۰۰۰۰، ۱۵۰۰۰ و ۲۰۰۰۰ دور بر دقیقه (rpm) در  $10^\circ \text{C}$  به مدت ۱۰ min هموژن شد. سپس برای کاهش بیشتر اندازه ذرات از دستگاه مولد فراصوت<sup>۱</sup> با دامنه کنترل ۴۵٪ و فرکانس ۲۰ kHz در دمای  $45^\circ \text{C}$  با تعداد ۶ سیکل (که زمان هر سیکل ۳۰ s و زمان استراحت ۱۵ s بین سیکل‌ها بود) استفاده شد [۱۵،۱۳]. امولسیون‌های تهیه‌شده در دمای  $20^\circ \text{C}$  به مدت ۲۴ h منجمد شده و سپس به مدت ۴۸ h در دستگاه خشک‌کن انجمادی، در فشار ۰.۱۷ mpa و در دمای  $57^\circ \text{C}$  خشک گردید. پودر حاصل در یک ظرف شیشه‌ای در  $18^\circ \text{C}$  تا زمان تجزیه و تحلیل نگهداری شد.

### ۷.۲. آزمون‌های اسانس کیسوله شده

#### ۱.۷.۲. آنالیز رفتار جریان

برای انجام آزمون‌های رئولوژی محلول‌های اسانس پوست گریپ‌فروت انکیپسوله‌شده با صمغ ریحان در غلظت ۱٪ وزنی/وزنی درست شد و به منظور همگن‌سازی به مدت ۱۵ min روی استیرر قرار گرفت. ارزیابی رئولوژیکی در محدوده سرعت برشی ۰/۰۱ تا ۱۰۰ بر ثانیه با دستگاه رئومتر<sup>۲</sup> مجهز به سیرکولاتور حرارتی برای کنترل دما و استفاده از پروب صفحه موازی انجام پذیرفت. برای تنظیم دما سیستم peltier plate با حساسیت  $\pm 0.1$  مجهز به سیرکولاتور آب (Viscotherm VT2) به کار گرفته شد [۱۶]. تجزیه و تحلیل داده‌ها با استفاده از مدل‌های زیر صورت پذیرفت:

۱. مدل پاورلا

$$\tau = k_p \dot{\gamma}^{n_p} \quad (1)$$

در این معادله  $K_p$  ضریب قوام ( $\text{Pa s}^n$ ) و  $n_p$  شاخص رفتار جریان (بدون بعد) می‌باشد.  $k$  بزرگی ویسکوزیته سیال و  $n$  ویژگی رفتار سیال را نشان می‌دهد.  $\tau$  تنش برشی ( $\text{N/m}^2$ ) و

۱. مدل HD3200، شرکت BANDELIN آلمان

۲. مدل Physica MCR-301، ساخت شرکت Anton Paar، اتریش

$$\text{Antiradical activity (\%)} = [(A_{T0} - A_T)/A_0] \times 100 \quad (۶)$$

## ۸.۲. آزمون‌های امولسیون

### ۱.۸.۲. پایداری امولسیون

جهت تعیین پایداری امولسیون،  $0.1 \text{ mm}^3$  از هر امولسیون وارد یک لوله‌آزمایش شده و به مدت ۶ روز در دمای اتاق نگهداری شد. سپس، شاخص ثبات امولسیون (ESI) با استفاده از معادله زیر محاسبه شد [۱۷].

$$ESI(\%) = \frac{HE-HS}{HE} \times 100 \quad (۷)$$

HE و HS به ترتیب امولسیون کلی و ارتفاع لایه سرم هستند.

### ۲.۸.۲. اندازه‌گیری اندازه ذرات

متوسط قطر و توزیع اندازه کپسول‌ها با استفاده از دستگاه انکسار نور لیزر (DLS) اندازه‌گیری شد. همچنین شاخص غیریکنواختی (PDI) با توجه به منحنی توزیع اندازه ذرات توسط نرم‌افزار دستگاه محاسبه و به‌عنوان توزیع اندازه قطرات گزارش گردید.

### ۹.۲. تجزیه و تحلیل آماری

در این تحقیق اثر دوره‌های مختلف هموزنی‌اسیون (۱۰۰۰۰، ۱۵۰۰۰ و ۲۰۰۰۰ دور بر دقیقه) بر پارامترهایی رئولوژی، اندازه ذرات، پتانسیل زتا، راندمان انکپسولاسیون، خاصیت آنتی‌اکسیدانی اسانس پوست گریپ‌فروت انکپسوله شده مورد بررسی قرار گرفت. اثرات ساده و متقابل تیمارهای تعریف شده به کمک طرح آماری کاملاً تصادفی و آنالیز واریانس یک‌طرفه با استفاده از نرم‌افزار مینی تب ۱۶ مورد بررسی قرار گرفت. برای مقایسه میانگین‌ها از آزمون دانکن در سطح اطمینان ۹۵٪ استفاده شد.

## ۳. نتایج و بحث

### ۱.۳. ترکیب شیمیایی اسانس حاصل از پوست گریپ‌فروت

شفاف جدا و حلال در دمای  $60^\circ \text{C}$  تا رسیدن به وزن ثابت تبخیر شد [۱۷].

$$EE (\%) = \frac{\text{oil}_{\text{Total}} - \text{oil}_{\text{Surface}}}{\text{oil}_{\text{Total}}} \times 100 \quad (۵)$$

$\text{Oil}_{\text{Total}}$  و  $\text{Oil}_{\text{Surface}}$  به ترتیب مربوط به روغن کلی و روغن سطحی بر اساس ماده خشک امولسیون نهایی است.

### ۳.۷.۲. طیف سنجی مادون قرمز فوریه (FTIR)

طیف‌سنجی FTIR از اسانس محصور شده در طول موج  $400$  تا  $4000 \text{ cm}^{-1}$  توسط طیف‌سنجی FTIR (اسپکترومتر FT-IR رومیزی، مدل CARY 630، ساخت شرکت Agilent، آمریکا) مورد بررسی قرار گرفت [۱۸].

### ۴.۷.۲. اندازه‌گیری پتانسیل زتا

پتانسیل زتا با استفاده از دستگاه زتاسایزر<sup>۱</sup> اندازه‌گیری شد. تجزیه و تحلیل داده‌ها با استفاده از نرم‌افزار Zetasizer Version 7.02 صورت پذیرفت [۱۹].

### ۵.۷.۲. آنالیز گرماسنجی روبشی افتراقی (DSC)

ویژگی حرارتی اسانس محصور شده با استفاده از گرماسنج روبشی افتراقی (DSC 822، متلر تولدو، سوئیس) که با یک برنامه اتوماتیک آنالیز حرارتی مجهز شده بود، مورد بررسی قرار گرفت. با توجه به دماسنج DSC، دمای شروع ( $T_0$ )، پیک ( $T_p$ ) و انتها ( $T_E$ ) تعیین شد [۶].

### ۶.۷.۲. مقایسه فعالیت آنتی‌اکسیدانی اسانس انکپسوله

#### به روش DPPH

ابتدا محلول DPPH با انحلال  $10^{-6} \text{ kg}$  از DPPH در  $0.1 \text{ mm}^3$  متانول تهیه شد. سپس به  $25 \text{ nm}^3$  از هر یک از محلول‌های متانولیک اسانس مورد آزمایش،  $975 \text{ nm}^3$  از محلول متانولی DPPH اضافه شد [۱۲]. این مخلوط در دمای اتاق و در تاریکی به مدت  $30 \text{ min}$  باقی‌مانده و جذب محلول در  $517 \text{ nm}$  توسط دستگاه اسپکتروفوتومتر قرائت گردید و با توجه به معادله زیر تخمین زده شد:

۲. مدل Zetasizer Nano ZS-90 شرکت Malvern ساخت انگلستان

۱. مدل Zetasizer Nano ZS-90 شرکت Malvern ساخت انگلستان

دیگر بود. تمامی اسانس‌های انکپسوله شده با صمغ ریحان در دوره‌های هموژنیزاسیون ۱۰۰۰۰، ۱۵۰۰۰ و ۲۰۰۰۰ دور بر دقیقه رفتار رقیق شونده با برش (سودوپلاستیک) را نشان می‌دادند. مدل‌ها، رفتار جریانی اسانس‌های انکپسوله شده را با  $R^2$  بالا توصیف کردند. مدل‌های رتولوژیکی غیروابسته به زمان شامل پاورلا، هرشل بالکلی، بینگهام و کاسون در جداول (۲)، (۳)، (۴) و (۵) نشان داده شده‌اند و مدل پاورلا و هرشل بالکلی دارای  $R^2$  بالاتری نسبت به بقیه مدل‌ها بودند. مقدار اندیس جریان در مدل پاورلا ( $n_p$ ) و هرشل بالکلی ( $n_H$ ) کمتر از ۱ شده‌اند که رفتار رقیق شونده با برش نمونه‌ها را تأیید می‌کند. ریحان ۱۰۰۰۰ rpm در مدل پاورلا و هرشل بالکلی دارای اندیس جریان کوچکتری بود، بنابراین رفتار رقیق شونده با برش بیشتری داشت؛ اما بین نمونه‌ها اختلاف معنی‌داری مشاهده نشد. مقدار  $k_p$  اسانس انکپسوله شده با صمغ ریحان با افزایش دور هموژنیزاسیون با اختلاف معنی‌داری کاهش یافت ( $p < 0.05$ ). همچنین مقدار  $k_H$  با افزایش دور هموژنیزاسیون در اسانس انکپسوله شده صمغ ریحان روند نزولی به خود گرفت؛ اما اختلاف معنی‌داری مشاهده نشد؛ بنابراین ویسکوزیته اسانس‌های ریحان با افزایش دور هموژنیزاسیون روند نزولی به خود گرفت. گارسیا و همکاران (۲۰۱۲) در تحقیقی اثر فشار هموژنیزاسیون روی ویژگی‌های امولسیون و ماندگاری اسانس ریحان انکپسوله شده را بررسی کردند و به این نتیجه رسیدند که هموژنیزاسیون روی ویسکوزیته امولسیون بی‌تأثیر بوده است [۱۰]. طبق گفته فلوری و همکاران (۲۰۰۰) هموژنایزر در یک فشار بسیار زیاد، ویسکوزیته امولسیون را تا مقدار محدودکننده کاهش می‌دهد. این بدان معنی است که در امولسیون‌هایی با ویسکوزیته کم (مانند امولسیون‌هایی بر پایه صمغ عربی) اثر هموژنیزاسیون با فشار بالا بر ویسکوزیته، احتمالاً قابل‌توجه نخواهد بود [۲۲]. همچنین در مدل بینگهام و کاسون، تنش تسلیم با افزایش دور هموژنیزاسیون در اسانس انکپسوله شده صمغ ریحان با اختلاف معنی‌داری کاهش یافت ( $p < 0.05$ ).

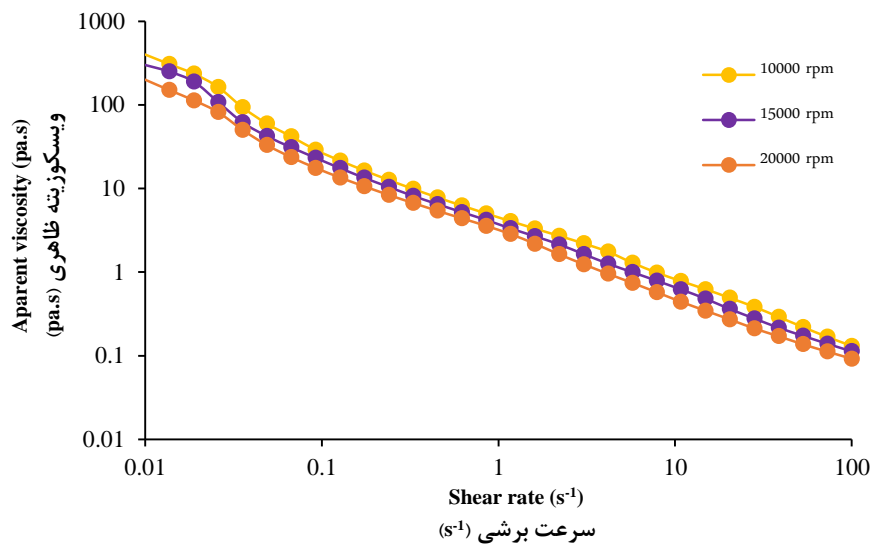
شناسایی ترکیبات اصلی و فرعی اسانس‌ها به‌وسیله زمان ماندگاری و ترکیب داده‌های طیف GC/MS انجام می‌شود. آنالیز GC ترکیبات فرار اسانس پوست گریپ‌فروت در جدول (۱) نشان داده شده است. در آنالیز ترکیبات شیمیایی اسانس پوست گریپ‌فروت، D-لیمونن (۶۵/۶۱٪)، دلتا کادینن (۹/۹۳٪)، کاریوفیلن (۸/۵۹٪)، کوپاین (۳/۲۵٪) بیشترین مقدار را به خود اختصاص دادند. لازم به ذکر است که مقدار D-لیمونن به‌دست‌آمده شبیه نتایج سایر محققین بود. در بسیاری از مطالعات، D-لیمونن به‌عنوان جزء اصلی اسانس مرکبات به شمار می‌رود [۲۰، ۲۱، ۲۱].

جدول (۱) ترکیبات شیمیایی اسانس پوست گریپ‌فروت  
Table 1. Chemical composition of grapefruit peel essential oil

Percentage	Component
درصد	ترکیب
0.48	$\alpha$ -Pinene (آلفا پینن)
65.61	D-Limonene (دی لیمونن)
1.45	$\beta$ -Myrcene (بتا میرسین)
3.25	Copaene (کوپاین)
8.59	Caryophyllene (کاریوفیلن)
2.53	(R) lavandulyl acetate (لاواندولیل استات)
3.93	Delta-Cadinene (CAS) (دلتا کادینن)
2.07	B-Cubebene (کوبیبین)
2.78	Germacrene D (جرماکرن)
1.13	Bicyclogermacrene (بی سایکلو جرماکرن)
0.94	B-Elemene (بی المین)
1.48	alpha.-Humulene (CAS) (آلفا هومولین)
1.39	alpha.-Amorphene (آلفا آمورفین)

### ۲.۳. آنالیز رفتار جریانی

همان‌طور که در شکل (۱) مشخص است، ریحان ۱۰۰۰۰ rpm دارای ویسکوزیته بالاتری نسبت به دو نمونه



شکل (۱) نمودار رفتار جریان اسانس پوست گریپ‌فروت انکپسوله شده با صمغ ریحان  
 Fig 1. Flow behavior diagram of encapsulated grapefruit peel essential oil with basil gum

جدول (۲) پارامترهای رئولوژیکی مدل پاورلا برای اسانس پوست گریپ‌فروت انکپسوله شده با صمغ ریحان

Table 2. Rheological parameters of the Power law model for encapsulated grapefruit peel essential oil with basil gum

Power Law model			Homogenization speed (rpm)
مدل پاورلا			
R <sup>2</sup>	n <sub>p</sub>	K <sub>p</sub> (Pa s <sup>n</sup> )	سرعت هموژنیزاسیون
0.96	0.20±0.01 <sup>b</sup>	5.20±0.24 <sup>a</sup>	10000
0.96	0.22±0.00 <sup>a</sup>	3.93±0.12 <sup>b</sup>	15000
0.98	0.23±0.00 <sup>a</sup>	2.99±0.12 <sup>c</sup>	20000

جدول (۳) پارامترهای رئولوژیکی مدل هرشل بالکلی برای اسانس پوست گریپ‌فروت انکپسوله شده با صمغ ریحان

Table 3. Rheological parameters of the Herschel-Bulkley model for encapsulated grapefruit peel essential oil with basil gum

Herschel Bulkley model				Homogenization speed (rpm)
مدل هرشل بالکلی				
R <sup>2</sup>	τ <sub>0H</sub> (Pa)	n <sub>H</sub>	k <sub>H</sub> (Pa×s <sup>n</sup> )	سرعت هموژنیزاسیون
0.96	0.03±0.00 <sup>a</sup>	0.29±0.04 <sup>a</sup>	3.27±1.02 <sup>a</sup>	10000
0.97	0.03±0.00 <sup>a</sup>	0.30±0.05 <sup>a</sup>	2.65±0.75 <sup>a</sup>	15000
0.98	0.03±0.00 <sup>a</sup>	0.31±0.01 <sup>a</sup>	1.89±0.12 <sup>a</sup>	20000

جدول (۴) پارامترهای رئولوژیکی مدل بینگهام برای اسانس پوست گریپ‌فروت انکپسوله شده با صمغ ریحان

Table 4. Rheological parameters of the Bingham model for encapsulated grapefruit peel essential oil with basil gum

Bingham model			Homogenization speed (rpm)
مدل بینگهام			
R <sup>2</sup>	η <sub>β</sub>	τ <sub>0β</sub> (Pa)	سرعت هموژنیزاسیون
0.71	0.12±0.01 <sup>a</sup>	4.68±0.20 <sup>a</sup>	10000
0.79	0.10±0.00 <sup>b</sup>	3.50±0.10 <sup>b</sup>	15000
0.80	0.08±0.00 <sup>c</sup>	2.64±0.10 <sup>c</sup>	20000



جدول (۵) پارامترهای رئولوژیکی مدل کاسون برای اسانس پوست گریپ‌فروت انکپسوله شده با صمغ ریحان

Table 5. Rheological parameters of the Casson model for encapsulated grapefruit peel essential oil with basil gum

Casson model			Homogenization speed (rpm)
مدل کاسون			سرعت هموژنیزاسیون
R <sup>2</sup>	$\eta_c$	$\tau_{0c}$ (Pa)	
0.71	0.02±0.00 <sup>b</sup>	9.35±0.40 <sup>a</sup>	10000
0.79	0.02±0.00 <sup>a</sup>	6.99±0.21 <sup>b</sup>	15000
0.80	0.03±0.00 <sup>a</sup>	5.27±0.20 <sup>c</sup>	20000

درشت‌تر) بهتر حفظ می‌شوند. همچنین ویسکوزیته از عوامل تأثیرگذار بر راندمان انکپسولاسیون است چون افزایش ویسکوزیته باعث کاهش حرکت مواد فرار شده و در نتیجه راندمان انکپسولاسیون افزایش می‌یابد؛ بنابراین ریحان rpm ۱۰۰۰۰ به علت ویسکوزیته بیشتر دارای راندمان انکپسولاسیون بالاتری است. در مطالعه‌ای، کارمونا و همکاران (۲۰۱۳) دریافتند که فشار هموژنیزاسیون بالاتر از ۵۰۰ بار، تأثیر مثبت روی راندمان انکپسولاسیون داشته و باعث افزایش آن می‌شود، اما بالاتر از این مقدار، افزایش فشار هموژنیزاسیون باعث کاهش راندمان انکپسولاسیون می‌گردد [۲۳]؛ بنابراین در مطالعه حاضر افزایش دور به rpm ۲۰۰۰۰ باعث کاهش راندمان انکپسولاسیون شد.

### ۳.۳. راندمان انکپسولاسیون

طبق جدول (۶)، ریحان rpm ۱۰۰۰۰ دارای راندمان انکپسولاسیون بالاتری نسبت به دو نمونه دیگر بود و بین نمونه‌ها اختلاف معنی‌داری وجود داشت ( $p < 0.05$ ). با افزایش دور هموژنیزاسیون راندمان انکپسولاسیون کاهش یافت. طبق یافته‌های هرکولانو و همکاران (۲۰۱۵) نوع دیواره و اندازه ذره از عوامل تأثیرگذار در راندمان انکپسولاسیون هستند [۱۳]. این محققین همچنین دریافتند اندازه قطرات امولسیون در راندمان انکپسولاسیون مؤثر است چراکه ابعاد مولکولی نقش مهمی در از دست رفتن روغن بر عهده دارند و مستقیماً با انتشار مولکولی در ارتباط هستند. ترکیبات فرار در امولسیون‌هایی با قطرات کوچکتر (نسبت به قطرات

جدول (۶) راندمان انکپسولاسیون اسانس پوست گریپ‌فروت انکپسوله شده با صمغ ریحان

Table 6. Encapsulation efficiency of encapsulated grapefruit peel essential oil with basil gum

Encapsulation efficiency (%)	Homogenization speed (rpm)
راندمان انکپسولاسیون	سرعت هموژنیزاسیون
93.085±0.335 <sup>a</sup>	10000
91.390±0.160 <sup>b</sup>	15000
90.655±0.955 <sup>b</sup>	20000

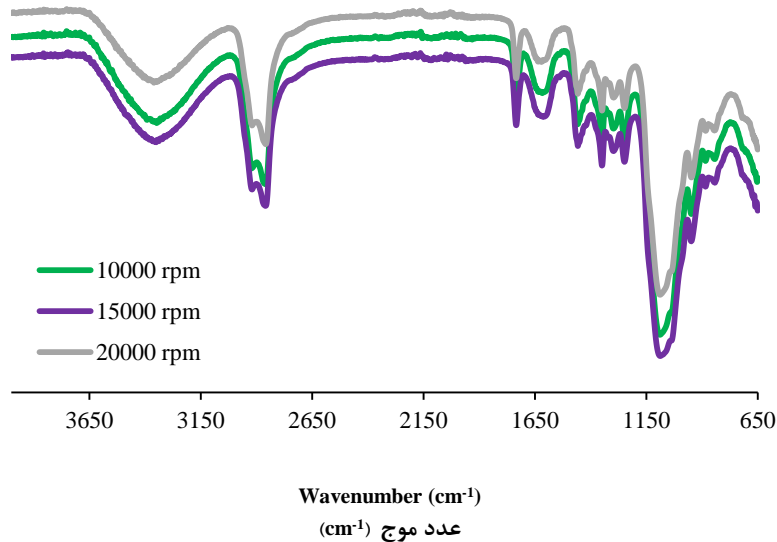
ریحان تأیید می‌کند. همچنین جذب کششی OH به دلیل پیوندهای هیدروژنی درون و بین مولکولی باعث ایجاد مناطق وسیعی از جذب بین ۳۵۰۰ تا ۳۰۰۰ cm<sup>-1</sup> شده که ویژگی‌های مختلفی از جمله پیوندهای کششی گروه‌های هیدروکسیل آزاد را نشان می‌دهد که در فاز بخار نمونه‌ها وجود دارد و با باند OH در اسید کربوکسیلیک پیوند داده‌اند. نتایج ما مطابق با یافته‌های ناجی و همکاران (۲۰۱۷) بود [۲۴]. نوارهای جذب گسترده با شدت قوی بین ۳۰۰۰ تا ۲۸۰۰ cm<sup>-1</sup> (حدود ۲۹۱۶ cm<sup>-1</sup>) به جذب C-H اشاره دارند

### ۴.۳. طیف بینی فروسرخ تبدیل فوریه (FTIR)

آنالیز FTIR برای تجزیه و تحلیل گروه‌های عملکردی در اسانس گریپ‌فروت انکپسوله شده با صمغ ریحان در شکل (۲) مورد بررسی قرار گرفت. تغییرات خاصی در گروه‌های عملکردی با افزایش دور هموژنیزاسیون مشاهده نشد. نوارهای کششی پیوندهای O-H نمونه‌ها در محدوده ۳۶۰۰-۳۰۰۰ cm<sup>-1</sup> ظاهر شدند. جذب در طول موج ۱۴۰۰ و ۱۶۰۰ به ترتیب به کشش متقارن و نامتقارن C=O اختصاص یافته است که وجود اسید اورونیک را در صمغ



که شامل ارتعاشات کششی و خمشی  $\text{CH}$ ،  $\text{CH}_2$  و  $\text{CH}_3$  در سمغ ریحان است. جذب بین طول موج  $1600\text{--}1700\text{ cm}^{-1}$  و  $1500\text{--}1600\text{ cm}^{-1}$  به ترتیب مربوط به آمید I (ارتعاشات کششی گروه‌های  $\text{C=O}$  و  $\text{C-N}$ ) و آمید II می‌باشد که احتمالاً به خاطر حضور پروتئین‌ها است.



شکل (۲) نمودار FTIR اسانس پوست گریپ‌فروت انکپسوله شده با سمغ ریحان  
Fig 2. FTIR diagram of encapsulated grapefruit peel essential oil with basil gum

### ۵.۳. پتانسیل زتا

مؤثری در پایداری امولسیون هستند) مفید می‌باشد. اگر مقدار پتانسیل زتا کمتر از  $30\text{ mV}$  باشد امولسیون موردنظر دارای پایداری کمتری بوده (تجمع و یا به هم‌پیوستگی رخ می‌دهد)، ولی اگر پتانسیل زتا بالاتر از  $30\text{ mV}$  باشد، امولسیون موردنظر پایدار می‌باشد [۲۵]. نتایج پتانسیل زتا کمی متفاوت از نتایج دیگر بوده است به طوری که با افزایش دور هموژنیزاسیون، مقدار پتانسیل زتا نمونه‌ها از  $29/2$  به  $35/5$  افزایش یافت، بنابراین پایداری نمونه‌ها روند صعودی به خود گرفت.

نتایج پتانسیل زتا در جدول (۷) نشان داده شده است. پتانسیل زتا یک روش مناسب جهت پیشگویی پایداری سیستم‌های کلوئیدی می‌باشد. پتانسیل زتا بهترین شاخص برای تعیین وضعیت الکتریکی سطح ذرات است چون نشان‌دهنده میزان تجمع بار در لایه غیر متحرک و شدت جذب یون‌های مخالف بر روی سطح ذره است، بنابراین بار ذرات اغلب برحسب پتانسیل زتا گزارش می‌شود. اندازه‌گیری پتانسیل زتا در کنترل رسوب و توده‌ای شدن (که فاکتورهای

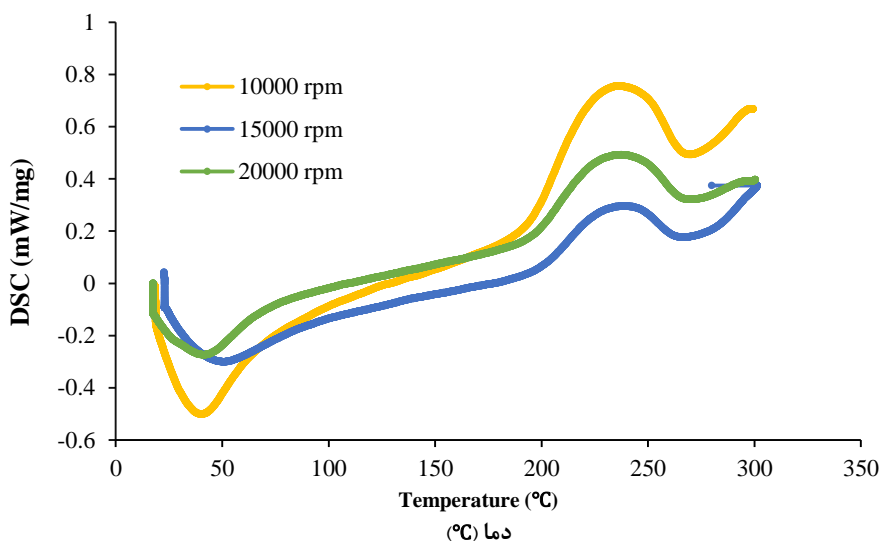
جدول (۷) پتانسیل زتا اسانس پوست گریپ‌فروت انکپسوله شده با سمغ ریحان  
Table 7. Zeta potential of encapsulated grapefruit peel essential oil with basil gum

Zeta potential (mV)	Homogenization speed (rpm)
پتانسیل زتا	سرعت هموژنیزاسیون
$-29.2 \pm 1.06^a$	10000
$-33.2 \pm 0.70^b$	15000
$-35.5 \pm 1.68^b$	20000

### ۶.۳. گرماسنجی روبشی افتراقی

گلیکوزیدیک و پروتئین‌ها اشاره دارند [۲۶]. سایر صمغ‌ها مانند صمغ عربی، صمغ تراگاکانت، سدیم آلژینات، کیتوزان و کربوکسی متیل سلولز دارای قله‌های گرمازا در ناحیه نزدیک به  $300^{\circ}\text{C}$  بودند. همچنین در پژوهشی، رئیسی و همکاران (۲۰۱۹) گزارش کردند که ناحیه  $50-150^{\circ}\text{C}$  مربوط به افت آب (مولکول‌های باند شده و آزاد) مرتبط با گروه‌های آب‌دوست پلیمر و دهیدراسیون پوسته پلیمری می‌باشد [۱۷]. رویداد دوم در مناطق  $270-250^{\circ}\text{C}$  برای ترکیبات مختلف مواد دیواره و مواد دیواره/هسته، مربوط به تخریب حرارتی بود.

نتایج استخراج‌شده از ترموگرام DSC در شکل (۳) نشان داده شده است. دو محدوده گرمایی برای نمونه‌ها مشاهده گردید. اولین محدوده در ناحیه  $83/3-19/4^{\circ}\text{C}$  است که مربوط به از دست دادن آب و تبخیر می‌باشد. رویداد بعدی، پیک‌های گرمازا در ناحیه  $265/1-210/2^{\circ}\text{C}$  هستند. مطابق با یافته‌های کورتس-کامارگو و همکاران (۲۰۱۷)، برجسته‌ترین قله‌های گرمازا در دماهای بالا مشاهده می‌گردد و این قله‌های گرمازا به تجزیه مواد ناشی از تجزیه حرارتی پلی‌ساکاریدها و شروع تقسیم تصادفی پیوندهای



شکل (۳) نمودار DSC اسانس پوست گریپ‌فروت انکپسوله شده با صمغ ریحان

Fig 3. DSC diagram of encapsulated grapefruit peel essential oil with basil gum

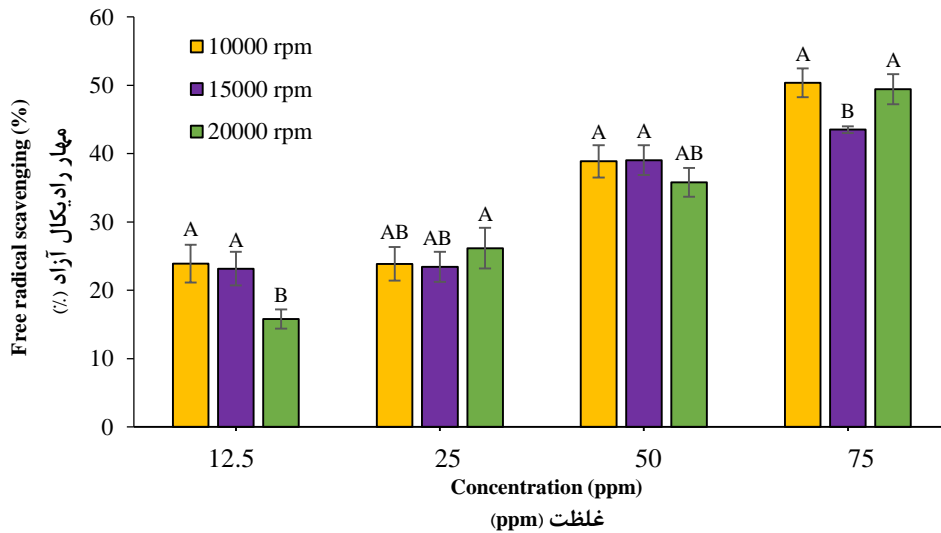
آنتی‌اکسیدان‌ها مورد استفاده قرار می‌گیرد. نتایج مهار رادیکال آزاد DPPH توسط اسانس انکپسوله شده با صمغ ریحان، در شکل (۴) مشخص شده است. اختلاف معنی‌داری در نمونه‌ها با افزایش دور هموژنیزاسیون مشاهده نشد ( $p > 0.05$ ). با افزایش غلظت، فعالیت آنتی‌اکسیدانی نمونه‌ها افزایش یافت. بیشترین فعالیت آنتی‌اکسیدانی مربوط به ریحان  $10000\text{ rpm}$  در غلظت  $75\text{ ppm}$  و کمترین مربوط به ریحان  $20000\text{ rpm}$  در غلظت  $12/5\text{ ppm}$  بود ( $p < 0.05$ ). تشخیص دقیق ترکیباتی که به اسانس‌ها اثر آنتی‌اکسیدانی می‌دهد آسان نیست زیرا این اسانس‌ها حاوی ترکیبات مختلفی می‌باشند. زنگین و همکاران (۲۰۱۴) گزارش کردند

### ۷.۳. مهار رادیکال آزاد DPPH

از آنتی‌اکسیدان‌های گیاهی می‌توان در صنایع غذایی برای محافظت از غذاها در برابر اکسیداسیون و به‌عنوان مواد مغذی برای مقابله با استرس اکسیداتیو در بدن انسان استفاده کرد. فرآوری مواد غذایی (در نتیجه تنش‌های مکانیکی، گرمایش و تابش)، گونه‌های فعال اکسیژن (ROS) ایجاد می‌کند لذا خاصیت آنتی‌اکسیدانی برای نگهداری مواد غذایی و طولانی‌تر شدن مدت ماندگاری مهم است [۲۷]. رادیکال آزاد DPPH یک رادیکال آزاد پایدار محسوب می‌شود که به‌طور گسترده برای بررسی فعالیت‌های

مونوترپن‌ها (D-لیمونن و  $\alpha$ -پینن) مشاهده کردند [۲۹]. به‌طور کلی اسانس‌های غنی از ترکیبات اکسیژن‌دار، فعالیت ضد رادیکالی بالایی از خود نشان می‌دهند. به همین ترتیب، میمیکا-دوکچی و همکاران (۲۰۰۴) گزارش کردند که مونوترپن‌ها (لیمونن) و سزکوئی‌ترین‌ها (کاریوفیلین) مسئول خنثی کردن رادیکال DPPH هستند [۳۰].

D-لیمونن،  $\alpha$ -پینن و کاریوفیلین، ترکیبات مسئول فعالیت آنتی‌اکسیدانی اسانس پوست گریپ‌فروت هستند، در حالی که لیمونن فعالیت آنتی‌اکسیدانی متوسطی دارد. کاریوفیلین و  $\alpha$ -پینن به ترتیب فعالیت مهار DPPH ضعیف و متوسطی را نشان می‌دهند [۲۸]. وی و شیامباتو (۲۰۰۷) فعالیت آنتی‌اکسیدانی قابل‌توجهی را در اسانس‌های غنی از



شکل (۴) بررسی مهار رادیکال آزاد DPPH اسانس پوست گریپ‌فروت انکپسوله شده با صمغ ریحان

Fig 4. Evaluation of free radical scavenging DPPH of encapsulated grapefruit peel essential oil with basil gum

گزارش کردند استفاده از فشارهای بالاتر از ۸۵ MPa منجر به تشکیل قطرات با اندازه بزرگتر می‌شود. نتایج ما مطابق با یافته‌های گارسیا و همکاران (۲۰۱۲) بود. رفتار مشابهی از قطر قطرات در رابطه با تغییرات فشار همگن‌سازی توسط هاین و همکاران (۲۰۰۸) با مطالعه میکروکپسولاسیون اسانس لیمو مشاهده شد [۳۱]. این پدیده که در آن اندازه ذرات با افزایش انرژی امولسیفیکاسیون افزایش می‌یابد، به‌عنوان فرآوری بیش‌ازحد نامیده می‌شود و می‌تواند به دلیل افزایش حرکت براونی قطرات و عملکرد پایین امولسیون کننده‌ها باشد [۳۲، ۳۳].

در مطالعه دیگر توسط کارمونا و همکاران (۲۰۱۳)، میکروکپسولاسیون اسانس پرتقال را با استفاده از خشک‌کردن پاششی مورد بررسی قرار گرفت، فشار همگن‌سازی بیشترین تأثیر را بر اندازه ذرات داشت.

### ۸.۳. اندازه ذرات امولسیون

با توجه به نتایج اندازه ذرات و اندیس غیریکنواختی در جدول (۸)، اختلاف معنی‌داری بین اندازه ذرات نمونه‌ها و اندیس غیریکنواختی مشاهده نشد ( $p > 0.05$ ). همچنین با افزایش دور هموژنیزاسیون، مقدار ویسکوزیته و اندازه ذرات در اسانس‌های حاوی ریحان به ترتیب کاهش و افزایش یافت. افزایش قطر در طی نگهداری نشان‌دهنده وقوع پدیده‌های ناپایداری از جمله تجمع، به هم پیوستن و پدیده در هم آمیختن قطرات است که از نظر رئولوژیکی وقوع این پدیده معمولاً با کاهش گرانیوی و از نظر ظاهری با رونشینی و شکست امولسیون همراه است. در تحقیقی توسط گارسیا و همکاران (۲۰۱۲)، ذرات پودر به‌دست‌آمده از هموژنیزاسیون امولسیون در فشارهای مختلف با غلظت روغن ثابت (۱۷/۵٪)، اندازه‌های یکسانی را ارائه دادند [۱۰]. همچنین

هنگامی که از فشارهای همگن‌سازی زیر ۵۰۰ بار استفاده شد، افزایش فشار منجر به کاهش اندازه قطرات گردید. از طرف دیگر، هنگامی که از فشارهای بالاتر استفاده شد، افزایش فشار منجر به بزرگتر شدن اندازه قطرات گردید [۲۲]. همچنین طبق گفته جعفری و همکاران (۲۰۰۸) تأثیر اندازه ذرات بر کارایی انکپسولاسیون طعم‌دهنده‌ها و اسانس‌ها هنوز مشخص نیست [۳۳]. سوتیتانوت و همکاران (۲۰۰۵) با مطالعه ریز کپسولاسیون اسانس D-لیمون با صمغ عربی گزارش دادند که ذرات تولیدشده از امولسیون‌های همگن‌شده در فشارهای مختلف، قطر قطرات مشابهی را نشان می‌دهند. اندازه ذرات به خصوصیات فیزیکی ماتریکس خشک‌شده (مانند گرانیوی و غلظت جامدات)، دمای خشک شدن و پارامترهای عملیاتی انتخاب شده برای اتمیزاسیون بستگی دارد [۳۴].

جدول (۸) اندازه ذرات امولسیون اسانس پوست گریپ‌فروت انکپسوله شده با صمغ ریحان

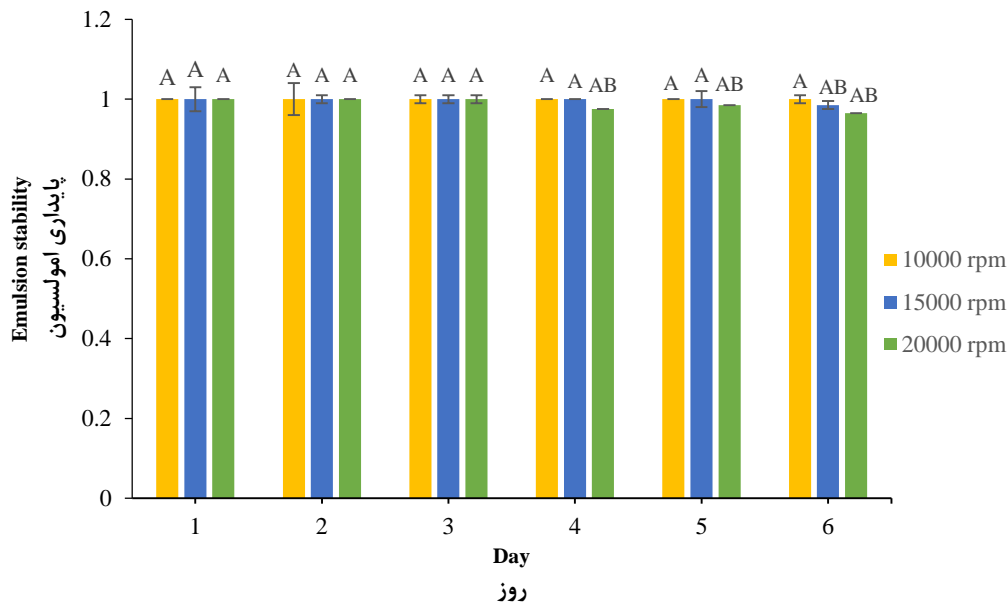
Table 8. Emulsion particle size of encapsulated grapefruit peel essential oil

PI	SD	Homogenization speed (rpm)
		سرعت هموژنیزاسیون
0.70±0.046 <sup>b</sup>	70.93±66.5 <sup>a</sup>	10000
0.75±0.206 <sup>b</sup>	14.60±0.436 <sup>a</sup>	15000
5.17±1.95 <sup>a</sup>	100.37±34 <sup>a</sup>	20000

می‌شود. به گفته مک کلمنتز (۲۰۰۴)، پایداری امولسیون نسبت به جداسازی گرانش را می‌توان با کاهش اندازه قطرات موجود در آن افزایش داد [۳۵]. اگر چه ارزیابی پایداری امولسیون با مشاهده جداسازی فاز یک تحلیل ماکروسکوپی و کیفی است؛ اما به‌خصوص در کپسولاسیون روغن‌ها از اهمیت ویژه‌ای برخوردار می‌باشد زیرا مشاهده یک لایه روغنی روی امولسیون می‌تواند به کارایی ضعیف کپسولاسیون مواد دیواره یا همگن‌سازی بی‌تأثیر امولسیون، مربوط باشد. طبق یافته‌های گارسیا و همکاران (۲۰۱۲)، اگرچه افزایش فشار همگن‌سازی باعث کاهش اندازه قطره در ۰/۵ و ۲۴ ساعت پس از همگن‌سازی شد؛ اما امولسیون‌های تولیدشده تحت فشارهای هموژنیزاسیون بالاتر، از ثبات کمتری برخوردار بودند و این نشان دهنده سطح کوآگوله شدن بالاتر است [۱۰]. درنهایت امولسیون‌های پایدار در فشارهای هموژنیزاسیون بین ۲۵ و ۷۵ MPa به دست آمدند؛ بنابراین هموژنیزاسیون در سرعت بالاتر ممکن است باعث کوآگوله شدن و کاهش پایداری امولسیون‌ها شود که با نتایج پژوهش حاضر مطابقت دارد.

### ۹.۳. پایداری امولسیون

نتایج پایداری امولسیون نمونه‌ها در دمای ۲۵ °C در شکل (۵) در طی ۶ روز نگهداری نشان داده شده است. نمونه‌ها از پایداری امولسیونی نسبتاً خوبی برخوردار بودند؛ اما بین نمونه‌ها اختلاف معنی‌داری وجود نداشت ( $p>0.05$ ). گارسیا و همکاران (۲۰۱۲)، تأثیر فشار هموژنیزاسیون را بر اسانس صمغ ریحان میکروکپسوله شده موردبررسی قرار دادند. هیچ جدایی گرانشی، ۲۴ ساعت پس از امولسیفیکاسیون مشاهده نشد که با نتایج ما مطابقت داشت [۱۰]؛ بنابراین، همه امولسیون‌های مورد مطالعه پایدار در نظر گرفته شدند. همچنین رئیسی و همکاران (۲۰۱۹) نانو کپسولاسیون اسانس سیر و روغن ماهی را با استفاده از مواد دیواره صمغ فارسی-کیتوزان موردبررسی قرار دادند و گزارش کردند افزایش غلظت صمغ فارسی باعث بهبود پایداری امولسیون بدون جداسازی فاز در طول ۱۴ روز نگهداری شده است. صمغ فارسی پایداری امولسیون را با افزایش ویسکوزیته محلول افزایش می‌دهد [۱۷]. انتظار می‌رود که راندمان کپسولاسیون روغن‌ها و طعم‌دهنده‌ها تحت تأثیر پایداری امولسیون اولیه باشد به‌گونه‌ای که پایداری بهتر منجر به راندمان بالاتر



شکل (۵) بررسی پایداری امولسیون اسانس پوست گریپ‌فروت انکپسوله شده با صمغ ریحان در طی ۶ روز نگهداری  
 Fig 5. Evaluation of the stability of encapsulated grapefruit peel essential oil emulsion with basil gum during 6 days of storage

#### ۴. نتیجه‌گیری

افزایش مقدار آن شد. از نتایج DSC دو محدوده گرماگیر و گرمازا برای نمونه‌ها به ترتیب در  $83/3^{\circ}\text{C}$  -  $19/4^{\circ}\text{C}$  و  $265/1$  -  $210/2$  حاصل شد. تغییرات خاصی در DPPH مشاهده نگردید اما با افزایش غلظت، فعالیت آنتی‌اکسیدانی روند صعودی به خود گرفت. به‌طور کلی می‌توان نتیجه گرفت انکپسولاسیون با صمغ ریحان تأثیرگذار بود؛ اما افزایش دور هموژنیزاسیون سبب تضعیف ویژگی‌های مختلف اسانس پوست گریپ‌فروت شد. ریحان  $10000$  rpm نسبت به دو نمونه دیگر دارای ویسکوزیته، راندمان انکپسولاسیون، پایداری امولسیونی و خاصیت آنتی‌اکسیدانی بیشتری بود. نتایج این تحقیق می‌تواند در زمینه کاربرد انکپسوله کردن در محصولات غذایی مختلف مورد استفاده قرار گیرد و با توجه به انکپسوله کردن، مدت زمان پایداری و فعالیت اسانس پوست گریپ‌فروت در مواد غذایی مختلف افزایش خواهد یافت.

در این مطالعه اثر هموژنیزاسیون (سرعت‌های  $10000$ ،  $15000$  و  $20000$  دور بر دقیقه) بر ویژگی‌های رئولوژی و فیزیکوشیمیایی اسانس انکپسوله‌شده پوست گریپ‌فروت مورد بررسی قرار گرفت. نتایج آنالیز رفتار جریان نشان داد اسانس انکپسوله شده ریحان در دور  $10000$  rpm دارای رفتار رقیق شونده با برش بیشتری نسبت به دور  $15000$  و  $20000$  دور بر دقیقه بوده است. همچنین ریحان  $10000$  rpm مقدار  $k_H$  و  $k_p$  بیشتری نسبت به دو نمونه دیگر داشت، بنابراین هموژنیزاسیون باعث کاهش ویسکوزیته گردید. راندمان انکپسولاسیون با افزایش دور هموژنیزاسیون کاهش یافت و ریحان  $10000$  rpm به‌علت ویسکوزیته بیشتر، راندمان انکپسولاسیون بالاتری از خود نشان داد؛ اما تأثیر هموژنیزاسیون بر پتانسیل زتا متفاوت بود و باعث

#### منابع

- [1] Farahmandfar, R., Tirgarian, B., Dehghan, B., & Nemati, A. (2020). Changes in chemical composition and biological activity of essential oil from Thomson navel orange (*Citrus sinensis* L. Osbeck) peel under freezing, convective, vacuum, and microwave drying methods. *Food Sci. Nutr.*, 8(1), 124-138.
- [2] Okunowo, W. O., Oyedeji, O., Afolabi, L. O., & Matanmi, E. (2013). Essential oil of grape fruit (*Citrus paradisi*) peels and its antimicrobial activities. *Am. J. Plant Sci.*, 4, 1-9.
- [3] Kavooosi, G., Derakhshan, M., Salehi, M., & Rahmati, L. (2018). Microencapsulation of zataria

- essential oil in agar, alginate and carrageenan. *Innovative Food Sci. Emerg. Technol.*, 45, 418-425.
- [4] Zameni, A., Kashaninejad, M., Aalami, M., & Salehi, F. (2015). Effect of thermal and freezing treatments on rheological, textural and color properties of basil seed gum. *J. Food Sci. Technol.*, 52(9), 5914-5921.
- [5] Razavi, S. M., Bostan, A., & Rezaie, M. (2010). Image processing and physic mechanical properties of basil seed (*Ocimum basilicum*). *J. Food Process Eng.*, 33(1), 51-64.
- [6] Naji-Tabasi, S., Razavi, S. M. A., & Mehdiatabar, H. (2017). Fabrication of basil seed gum nanoparticles as a novel oral delivery system of glutathione. *Carbohydr. Polym.*, 157, 1703-1713.
- [7] Uysal, B., Sozmen, F., Aktas, O., Oksal, B. S., & Kose, E. O. (2011). Essential oil composition and antibacterial activity of the grapefruit (*Citrus Paradisi*. L) peel essential oils obtained by solvent-free microwave extraction: comparison with hydrodistillation. *Int. J. Food Sci.*, 46(7), 1455-1461.
- [8] Ou, M. C., Liu, Y. H., Sun, Y. W., & Chan, C. F. (2015). The composition, antioxidant and antibacterial activities of cold-pressed and distilled essential oils of *Citrus paradisi* and *Citrus grandis* (L.) Osbeck. *Evid Based Complement Alternat Med.*, 2015.
- [9] Ahmed, S., Rattanpal, H. S., Gul, K., Dar, R. A., & Sharma, A. (2019). Chemical composition, antioxidant activity and GC-MS analysis of juice and peel oil of grapefruit varieties cultivated in India. *J. Integr. Agric.*, 18(7), 1634-1642.
- [10] Garcia, L. C., Tonon, R. V., & Hubinger, M. D. (2012). Effect of homogenization pressure and oil load on the emulsion properties and the oil retention of microencapsulated basil essential oil (*Ocimum basilicum* L.). *Drying Technol.*, 30(13), 1413-1421.
- [11] del Carmen Razola-Díaz, M., Guerra-Hernández, E. J., García-Villanova, B., & Verardo, V. (2021). Recent developments in extraction and encapsulation techniques of orange essential oil. *Food Chem.*, 354, 129575.
- [12] Himed, L., Merniz, S., Monteagudo-Olivan, R., Barkat, M., & Coronas, J. (2019). Antioxidant activity of the essential oil of citrus limon before and after its encapsulation in amorphous SiO<sub>2</sub>. *Sci. Afr.*, 6, e00181.
- [13] Herculano, E. D., de Paula, H. C., de Figueiredo, E. A., Dias, F. G., & Pereira, V. D. A. (2015). Physicochemical and antimicrobial properties of nanoencapsulated *Eucalyptus staigeriana* essential oil. *LWT - Food Sci. Technol.*, 61(2), 484-491.
- [14] Bozkurt, T., Gülnaz, O., & Kaçar, Y. A. (2017). Chemical composition of the essential oils from some citrus species and evaluation of the antimicrobial activity. *J. Environ. Sci., Toxicol. Food Technol.*, 11(10), 29-33.
- [15] Radünz, M., da Trindade, M. L. M., Camargo, T. M., Radünz, A. L., Borges, C. D., Gandra, E. A., & Helbig, E. (2019). Antimicrobial and antioxidant activity of unencapsulated and encapsulated clove (*Syzygium aromaticum*, L.) essential oil. *Food Chem.*, 276, 180-186.
- [16] Li, W., Wang, Y., Li, J., Jiao, Y., & Chen, J. (2019). Synergistic and competitive effects of monoglycerides on the encapsulation and interfacial shear rheological behavior of soy proteins. *Food Hydrocolloids*, 89, 631-636.
- [17] Raeesi, S., Ojagh, S. M., Quek, S. Y., Pourashouri, P., & Salaün, F. (2019). Nano-encapsulation of fish oil and garlic essential oil by a novel composition of wall material: Persian gum-chitosan. *LWT*, 116, 108494.
- [18] Moniri, H., Farahmandfar, R., & Motamedzadegan, A. (2020). Investigation of hot air and foam-mat dried cress seed gum by FT-IR, zeta potential, steady shear viscosity, dynamic oscillatory behavior, and other physical properties. *Food Sci. Nutr.*, 8(4), 2143-2155.
- [19] Moniri, H., Farahmandfar, R., & Motamedzadegan, A. (2020). Cress seed (*Lepidium sativum*) gum dried by vacuum, freeze, and microwave drying methods: Structural, rheological, emulsifying, and foaming properties. *J. Food Process Eng.*, 43(7), e13408.
- [20] Farahmandfar, R., Tirgarian, B., Dehghan, B., & Nemati, A. (2020). Comparison of different drying methods on bitter orange (*Citrus aurantium* L.) peel waste: changes in physical (density and color) and essential oil (yield, composition, antioxidant and antibacterial) properties of powders. *J. Food Meas. Charact.*, 14(2), 862-875.
- [21] Njoroge, S. M., Koaze, H., Karanja, P. N., & Sawamura, M. (2005). Volatile constituents of redblush grapefruit (*Citrus paradisi*) and pummelo (*Citrus grandis*) peel essential oils from Kenya. *J. Agric. Food. Chem.*, 53(25), 9790-9794.
- [22] Flourey, J., Desrumaux, A., & Lardières, J. (2000). Effect of high-pressure homogenization on droplet size distributions and rheological properties of model oil-in-water emulsions. *Innovative Food Sci. Emerg. Technol.*, 1(2), 127-134.
- [23] Carmona, P. A., Tonon, R. V., da Cunha, R. L., & Hubinger, M. D. (2013). Influence of emulsion properties on the microencapsulation of orange essential oil by spray drying. *J. Colloid Sci. Biotechnol.*, 2(2), 130-139.
- [24] Naji-Tabasi, S., Razavi, S. M. A., Mohebbi, M., & Malaekheh-Nikouei, B. (2016). New studies on basil (*Ocimum bacilicum* L.) seed gum: Part I- Fractionation, physicochemical and surface activity



- characterization. *Food Hydrocolloids*, 52, 350-358.
- [25] Guerra-Rosas, M. I., Morales-Castro, J., Ochoa-Martínez, L. A., Salvia-Trujillo, L., & Martín-Belloso, O. (2016). Long-term stability of food-grade nanoemulsions from high methoxyl pectin containing essential oils. *Food Hydrocolloids*, 52, 438-446.
- [26] Cortés-Camargo, S., Cruz-Olivares, J., Barragán-Huerta, B. E., Dublán-García, O., Román-Guerrero, A., & Pérez-Alonso, C. (2017). Microencapsulation by spray drying of lemon essential oil: Evaluation of mixtures of mesquite gum–nopál mucilage as new wall materials. *J. Microencapsulation*, 34(4), 395-407.
- [27] Farahmandfar, R., Asnaashari, M., & Sayyad, R. (2017). Antioxidant activity and total phenolic content of *Capsicum frutescens* extracted by supercritical CO<sub>2</sub>, ultrasound and traditional solvent extraction methods. *J. Essent. Oil Bear. Plants*, 20(1), 196-204.
- [28] Zengin, H., & Baysal, A. H. (2014). Antibacterial and antioxidant activity of essential oil terpenes against pathogenic and spoilage-forming bacteria and cell structure-activity relationships evaluated by SEM microscopy. *Molecules*, 19(11), 17773-17798.
- [29] Wei, A., & Shibamoto, T. (2007). Antioxidant activities and volatile constituents of various essential oils. *J. Agric. Food. Chem.*, 55(5), 1737-1742.
- [30] Mimica-Dukic, N., Bozin, B., Sokovic, M., & Simin, N. (2004). Antimicrobial and antioxidant activities of *Melissa officinalis* L. (Lamiaceae) essential oil. *J. Agric. Food. Chem.*, 52(9), 2485-2489.
- [31] Huynh, T. V., Caffin, N., Dykes, G. A., & Bhandari, B. (2008). Optimization of the microencapsulation of lemon myrtle oil using response surface methodology. *Drying Technol.*, 26(3), 357-368.
- [32] Mahdi Jafari, S., He, Y., & Bhandari, B. (2006). Nano-emulsion production by sonication and microfluidization—a comparison. *Int. J. Food Prop.*, 9(3), 475-485.
- [33] Jafari, S. M., Assadpoor, E., He, Y., & Bhandari, B. (2008). Encapsulation efficiency of food flavours and oils during spray drying. *Drying Technol.*, 26(7), 816-835.
- [34] Soottitantawat, A., Bigeard, F., Yoshii, H., Furuta, T., Ohkawara, M., & Linko, P. (2005). Influence of emulsion and powder size on the stability of encapsulated D-limonene by spray drying. *Innovative Food Sci. Emerg. Technol.*, 6(1), 107-114.
- [35] McClements, D. J. (2004). *Food emulsions: principles, practices, and techniques*. CRC press.

*Research Article***Effect of homogenization on encapsulation of grapefruit (*Citrus paradisi*) peel essential oil with basil seed gum****Samaneh Mohammad Kheshtchin<sup>1</sup>, Reza Farahmandfar<sup>2\*</sup>, Jamshid Farmani<sup>2</sup>****1. MSc, Department of Food Science and Technology, Faculty of Agricultural Engineering, Sari Agricultural Sciences and Natural Resources University, Sari****2. Associate Professor, Department of Food Science and Technology, Faculty of Agricultural Engineering, Sari Agricultural Sciences and Natural Resources University, Sari****Abstract**

Grapefruit (*Citrus paradise* L.) belongs to the genus *Citrus* and a species of flowering plant in the family Rutaceae. Grapefruit peel can be used to produce valuable extracts and essential oils. Grapefruit peel essential oil contains aromatic hydrocarbons, alcohols, aldehydes, ketones, esters and alpha-terpenoids. So, it has significant antibacterial and antioxidant properties and is used as an ingredient in cosmetics, perfumes, soaps and detergents. In this study, the properties of microencapsulated grapefruit peel essential oil with basil gum under homogenization speeds of 10000, 15000 and 20000 rpm were investigated. The results of GC-MS analysis showed that D-limonene (65.61%) and caryophyllene (8.59%) are the most chemical constituents of grapefruit peel essential oil. The rheological parameters were fitted by non-time dependent models and Herschel Bulkely and Power Law models had higher R<sup>2</sup> than other models. In addition to the viscosity vs. shear rate curve, the models confirmed the pseudoplastic behavior (shear thinning) of the microencapsulated grapefruit peel essential oil solutions with basil gum. The viscosity of microencapsulated grapefruit peel essential oil solutions decreased with increasing homogenization speeds. Also, the coating efficiency, emulsion stability and antioxidant properties of the samples were higher at 10000 rpm. No specific changes in functional groups were observed in the FTIR test with increasing homogenization speeds. DSC results show that the two regions of endothermic peaks (19.4-83.3 °C) and exothermic peaks (210.2-265.1 °C) were related to water evaporation and components destruction due to thermal decomposition of polysaccharides, respectively.

**Keywords: Grapefruit peel essential Oil, Homogenization, Microencapsulation, Basil seed gum, Rheology and Physicochemical**

---

\* Corresponding author: r.farahmandfar@sanru.ac.ir



